

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-017405

(43)Date of publication of application : 25.01.1986

(51)Int.Cl.

C01B 21/064

B01J 27/24

(21)Application number : 59-135284

(71)Applicant : SHOWA DENKO KK

(22)Date of filing : 02.07.1984

(72)Inventor : MAKI MASAKAZU

(54) PRODUCTION OF CUBIC BORON NITRIDE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a tough particle of cubic boron nitride having sharp edges from hexagonal boron nitride under high temperature and pressure, by using a catalyst containing LiMBN2 (M is alkaline earth metal) and Li8SiN4.

CONSTITUTION: Cubic boron nitride is produced from hexagonal boron nitride under high temperature and pressure using a catalyst containing 5W50pts.wt. (based on 100pts.wt. of the hexagonal boron nitride) of LiMBN2 (M is alkaline earth metal) and 0.05W5pts.wt. of Li8SiN4. A trace of Si is included in the growing cubic boron nitride, and is emerged to a specific plane. Accordingly, the (111) plane of the crystal is developed to effect the sharpening of the crystal particle. Furthermore, since the Si and cubic boron nitride form a solid solution to enlarge the lattice constant, a tough particle of cubic boron nitride can be prepared. The grinding ratio can be improved and the electric power can be saved by using abrasive grains made of the obtained boron nitride.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 特 許 公 報 (B 2) 平5-94

⑤ Int. Cl.⁵B 01 J 3/06
C 01 B 21/064

識別記号

V

庁内整理番号

2102-4G

②④公告 平成5年(1993)1月5日

発明の数 1 (全3頁)

④発明の名称 立方晶窒化ホウ素の製造法

②特 願 昭59-135284

⑥公 開 昭61-17405

②出 願 昭59(1984)7月2日

③昭61(1986)1月25日

⑦発 明 者 牧 昌 和 長野県塩尻市広丘高出1951-6
 ⑦出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号
 ⑦代 理 人 弁理士 寺 田 賢
 審 査 官 鈴 木 紀 子

1

⑦特許請求の範囲

1 六方晶窒化ホウ素から高温、高圧下で立方晶窒化ホウ素を製造する方法において、触媒として LiMBN_2 (但し M はアルカリ土類金属) と Li_3SiN_4 を用いることを特徴とする方法。

2 六方晶窒化ホウ酸 100 重量部に対し、 LiMBN_2 5~50 重量部、 Li_3SiN_4 0.01~5.0 重量部を用いる特許請求の範囲第1項記載の方法。

発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は研削材、切削材等に用いられる立方晶窒化ホウ素 (以下CBNという) の製造法に関する。

(従来技術)

一般にCBNは六方晶窒化ホウ素 (以下HBNという) からCBNの熱力学安定域である高温、高圧下で製造される。

CBNはダイヤモンドに次ぐ硬さを有し、しかも化学的安定性、特に鉄系被削材に対し安定性がダイヤモンドより優れているため研削材としての需要が増大している。

CBNの工業的製造方法としてはHBN粉末と触媒粉末 (アルカリ金属、アルカリ土類金属及びその窒化物、合金、又はホウ窒化物が知られている) を混合し1300~1600°C、40~60Kbarの高温、高圧を加える方法が行なわれている。

ところで研削材としてのCBN粒子は緻密で透明正が良く鋭い切刃を有し圧壊強度の高い良質な

2

ものであることが望ましい。しかし従来の方法では必ずしも十分な品質のものが得られていないのが実情である。特願昭58-73359にはHBNに対しSiとして0.01~1.0重量%添加することで上記目的を満足するCBN砥粒が得られることが記載されているがHBNとの混合が機械的混合であるため完全に均一に混合されずSiの効果を出すために過剰のSi分を添加しなくてはならず、収率の低下をもたらす結果となっている。

10 (発明の目的)

本発明は上記の事情に鑑み、粒子の角が鋭い切刃となっており、結晶の(111)面が発達した強靱なCBNを提供することを目的とする。

(発明の構成)

15 本発明の要旨はHBNからCBNを合成する方法において、 LiMBN_2 (Mはアルカリ土類金属) と Li_3SiN_4 を触媒として用いることにある。Siが触媒物質中に含有されているため、CBN合成時にSiが均一に作用し、CBN粒子の角が鋭い切刃をもち、かつ強靱なCBNを得ることができる。 Li_3SiN_4 はBNの溶解度は小さいが触媒作用があるので過剰に入れてもCBNの成長が抑制されることが少ない。

以下本発明を詳しく説明する。

25 本発明で用いる触媒は LiMBN_2 と Li_3SiN_4 である。Mはアルカリ土類金属で好ましくはCa、Ba、Srである。これらの触媒は粉末にしてHBN粉末に所定量混合する。

3

LiMBN₂の製法はLi₃N、M₃N₂、BNを用い、これらをモル比で前記の順に1~1.4:1~1.4:3の割合で混合し、加熱溶解して反応させる。溶解温度より約200℃高い温度が適当である。溶解温度は前記の組成では約800~1000℃である。前記温度で約1時間保持した後冷却すればLiMBN₂が得られる。

Li₃SiN₄の製法はLi₃NとSi₃N₄を用い、これらをモル比でLi₃N:Si₃N₄=8~10:1の割合に混合し、700℃約1時間保持した後冷却する。

上記2種の触媒は不活性ガス雰囲気下で150メツシュ以下に粉碎して用いる。

触媒の使用量はHBN100重量部に対し、LiMBN₂5~50重量部、望ましくは10~30重量部である。5重量部未満ではCBNの収率が低下し、50重量部を越えるとCBNの自形の出た透明感のある結晶が得られない。

またLi₃SiN₄はHBN100重量部に対し、0.01~5重量部、望ましくは0.05~2重量部である。0.01重量部未満ではCBNに鋭い切刃を形成させる効果が少なく、5重量部を越えるとCBNの収率が低下する。

CBN合成に際して、原料HBN及び上記触媒の構成方法としては、これら3者を所定量均一に混合し、圧粉成形する方法、Li₃SiN₄をHBN又はLiMBN₂に混合し夫々圧粉成形して薄板となし、所定の比率になるように積層する方法などが採用される。

本発明においては触媒は予じめLiMBN₂、LiSiN₄を合成しておくことが重要である。これらの構成成分を用いてCBNを合成すれば、この昇温過程で上記と同じ触媒化合物が生成することは考えられるが、その方法ではLi₃NまたはM₃N₂を触媒とするのと同じCBNとなり、自形性のよい透明感のあるCBNとはならない。

これらの成形体或いは積層体は周知の高温、高圧装置に装填され、所定の条件に保持されてCBNが合成される。合成はCBNの熱力学的安定域である1300℃~1600℃、40~60Kbarの条件で行なわれる。

(効果)

本発明の方法によれば成長するCBN粒子内に微量のSiが取り込まれ、それが特定面に現れるので結晶の(111)面が発達して粒子の角が鋭くな

4

り、またSiとCBNが固溶体となつて格子定数が大きくなり、CBN粒子が強靱となる。このため、本発明の砥粒を使用すれば研削比の向上、使用電力の削減をもたらす。

さらに本発明においては触媒物質にSiが含まれているため、CBN合成時にSiが均一に作用し、Si又は触媒でないSi化合物を混合する場合に比べSi量が少なくてすみ、CBNの収率の低下が防げる。

次に実施例、比較例を示し、本発明の作用効果を明確にする。

実施例

325メツシュ以下のHBN、LiCaBN₂、Li₃SiN₄を重量比で100:15:1の割合で混合し、成形圧1.5t/cm²で26mmφ×32mmhの円柱状に成形した。成形体の密度は1.70g/cm³であつた。これを高温高圧反応器に装填し圧力50kbar、温度1450℃の条件で10分保持しCBNを合成した。その結果CBNのHBNに対する変換率は32%であつた。この粒子を顕微鏡で観察した結果、鋭い切刃を有していることが判明した。

比較例

Li₃SiN₄を使用しない以外は実施例と同じにしてCBNを合成した。変換率は32%で変わらなかったが、粒子の切刃の点では実施例のものより劣っていた。

上記実施例、比較例のCBN粒子をそれぞれJIS、B4130の方法で分級し、120/140のCBN粒子を得た。次いでそれぞれの粒子によつて砥石を作成して研削比および使用動力を比較した。

砥石の作成方法は、先ずCBNの120/140粒度の粒子をNi/(Ni+CBN)が60%となるようにNiメッキを施し、このNiメッキしたCBN粒子35部、フェノール樹脂25部、微粉炭化けい素40部を混合、成形し、熱硬化させ砥石とした。

これらの砥石を用いて研削試験を行なつた。研削試験に使用した鋼種は、特殊鋼SKH-57(HRC64)を用い、砥石周速度1500m/min、切込み20μm、テーブル送り15m/分、クロス送り2mm/パスで湿式平面研削により、研削比=研削量/砥石の摩耗量、及びその場合の使用動力Wを比較したその結果

(3)

特公 平 5-94

5

6

砥石	研削比	使用動力(W)
実施例	285	790
比較例	225	880

粒子によつて作成した砥石の研削性能が優れていることがわかる。

5

これより本発明の方法によつて合成したCBN